

# Bi 底层对 FePt 薄膜的影响<sup>\*</sup>

冯 春<sup>1)</sup> 李宝河<sup>1,2)</sup> 韩 刚<sup>1)</sup> 滕 蛟<sup>1)</sup> 姜 勇<sup>1)</sup> 刘泉林<sup>1)</sup> 于广华<sup>1)†</sup>

1) 北京科技大学材料物理与化学系, 北京 100083)

2) 北京工商大学数理部, 北京 100037)

(2006 年 4 月 29 日收到, 2006 年 8 月 7 日收到修改稿)

利用磁控溅射的方法, 在玻璃基片上制备了以 Bi 为底层的 FePt 薄膜, 经不同温度真空热处理得到  $L1_0$ -FePt 薄膜. 研究了 Bi 做底层对 FePt 薄膜的有序化温度及矫顽力  $H_c$  的影响. 实验结果表明: 以 Bi 做底层的 FePt 薄膜在 350 °C 实现低温有序, 同时其  $H_c$  也有大幅度提高, 并且可以在更大成分范围内获得  $H_c$  较高的  $L1_0$ -FePt 薄膜. 利用 X 射线光电子能谱研究了薄膜中 Bi 原子的分布情况, 利用 X 射线衍射研究了薄膜的晶体学结构变化. 结果表明, Bi 底层在退火过程中的扩散促进了 FePt 薄膜有序度的升高.

关键词:  $L1_0$ -FePt 薄膜, 有序化温度, 底层, 扩散

PACC: 7550S, 7550V, 7570A

## 1. 引 言

$L1_0$ -FePt 有序合金薄膜, 由于其具有较高的单轴磁晶各向异性(高达  $7 \times 10^6$  J/m<sup>2</sup>)、较高的矫顽力以及较好的耐腐蚀性, 成为未来超高密度磁记录介质的首选材料<sup>[1-3]</sup>. 而直接溅射得到的  $Fe_{50}Pt_{50}$  薄膜为无序的面心立方 (fcc) 结构, 必须通过基片加热或较高温度(高于 500 °C)<sup>[4-5]</sup> 的退火才能形成有序四方 (fct) 结构的  $L1_0$ -FePt 相. 过高温度退火会形成较大的 FePt 晶粒和较粗糙的表面, 不利于实现超高密度磁记录. 因此, 降低 FePt 薄膜的有序化温度是亟待解决的问题. 目前降低 FePt 薄膜有序化温度的方法主要有利用  $[Fe/Pt]_n$  多层膜结构<sup>[6,7]</sup>、离子辐照<sup>[8]</sup>、掺入第三种元素<sup>[9-11]</sup> 和引入不同的底层或顶层<sup>[12-14]</sup>. 利用这些方法制备出的薄膜在 300—400 °C 退火后的矫顽力  $H_c$  较低(低于 500 kA/m), 仍不能满足未来超高密度磁记录的需要<sup>[15]</sup>. 因此, 除了要实现 FePt 薄膜的低温有序化外, 还要保证薄膜在较低温度退火后具有较高的  $H_c$ . 我们过去的工作<sup>[16]</sup> 表明, 表面活性剂 Bi 元素的表面能较低(382 mJ/m<sup>2</sup>), 将 Bi 插入磁性薄膜中能够改善薄膜结构, 导致磁性提高. 到目前为止, 利用 Bi 做底层优化  $L1_0$ -FePt 合

金结构并改善其磁性的报道还很少见到. 本文的工作是利用 Bi 做底层, 同时实现了  $L1_0$ -FePt 薄膜的低温有序化和薄膜磁性的改善.

## 2. 实 验

所有薄膜均在 DV-502 型磁控溅射仪中制备, 其本底真空度为  $5 \times 10^{-5}$  Pa. 我们过去的工作<sup>[17]</sup> 表明, 只有 Fe 的含量在 46at%—56at% 之间, FePt 薄膜才具有良好的磁性能. 所以我们通过精确控制 Fe, Pt, Bi 靶(纯度 99.99%) 的溅射功率来制备样品结构为玻璃基片/Bi (20 nm)/ $Fe_xPt_{100-x}$  (20 nm) 和玻璃基片/ $Fe_xPt_{100-x}$  (20 nm) 的薄膜 ( $x = 43-55$ ). 样品中 Fe, Pt 的含量由电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 测定. 所有薄膜均在室温、Ar 气氛下沉积, Ar 气压恒定在 0.45 Pa, 基片以 18 r/min 的速率旋转. Bi 和 FePt 的沉积速率分别为 0.01 和 0.14 nm/s. 沉积后得到的薄膜经真空度为  $3 \times 10^{-5}$  Pa 的真空退火处理, 退火温度为 300—550 °C, 退火时间为 20 min.

利用 MicroMag2900 型交变梯度磁强计 (AGM) 测量样品的磁性, 外加磁场方向平行于膜面, 最大磁场强度为 1432 kA/m. 采用 X 射线衍射 (XRD) 分析样品的晶体结构. 利用 X 射线光电子能谱 (XPS) 分析表

<sup>\*</sup> 教育部博士点基金(批准号: 2003008003)、教育部科学技术研究重点项目(批准号: 104023)和教育部新世纪优秀人才支持计划(批准号: NCET-04-0104)资助的课题.

<sup>†</sup> 通讯联系人, E-mail: ghyu@mater.ustb.edu.cn

层元素的化学状态. XPS 实验细节以及 XPS 的探测深度  $d$  在文献[13]中已有报道. 本文的 XPS 实验中, Bi 原子的探测深度  $d$  为 6.45 nm.

### 3. 结果及讨论

图 1 是无底层和以 Bi 为底层的  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  薄膜 ( $x = 43-55$ ) 经 400 °C 退火 20 min 后, 平行膜面矫顽力  $H_c$  随 Fe 的原子含量  $x$  的变化曲线. 在 400 °C 退火后,  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  薄膜的  $H_c$  随成分的变化较大,  $H_c$  较大的薄膜仅局限于  $x = 49-55$  之间. 而 Bi/ $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  薄膜的  $H_c$  受成分的影响较小, 均保持高于 850 kA/m. 说明以 Bi 为底层可以大幅度地提高同成分的 FePt 薄膜的  $H_c$ , 并可以在更大成分范围内获得  $H_c$  较高的  $\text{L}_{10}$ -FePt 薄膜. 图 2 是  $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  和 Bi/ $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  薄膜在 400 °C 退火 20 min 后的磁滞回线. 以 Bi 为底层的  $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  薄膜的  $H_c$  达到 1074.3 kA/m, 远高于同温度处理后的 FePt 薄膜的  $H_c$ ; 同时其剩磁比达到了 0.93, 这种在低温退火时具有高  $H_c$  和剩磁比的  $\text{L}_{10}$ -FePt 薄膜, 符合未来超高密度磁记录介质的要求.

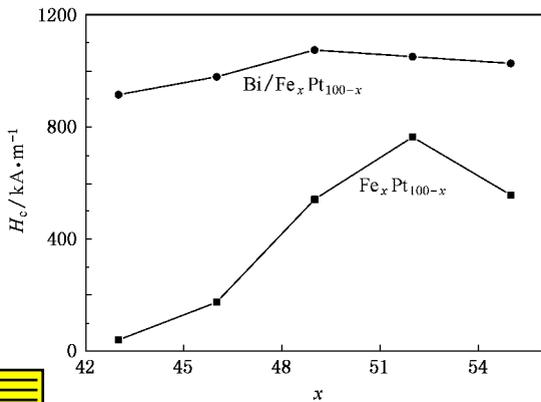


图 1  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (20 nm) 和 Bi (20 nm)/ $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (20 nm) 薄膜经 400 °C 退火 20 min 后, 薄膜的平行膜面矫顽力  $H_c$  随 Fe 含量  $x$  的变化曲线

为了了解 Bi 底层对 FePt 薄膜  $H_c$  提高的原因, 我们选取  $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  样品, 首先利用 XPS 研究了 Bi (20 nm)/ $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  (20 nm) 薄膜在无退火、400 和 550 °C 退火后的 Bi 原子分布情况. 图 3 给出了 Bi 元素的高分辨 XPS. 图 3 曲线 b 出现微弱的 Bi 峰, 说明样品沉积完毕后, Bi 底层中仅有少量的 Bi 原子扩散到  $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  薄膜的表面. 而图 3 曲线 a 却出现了较强的 Bi  $4f_{7/2}$  和

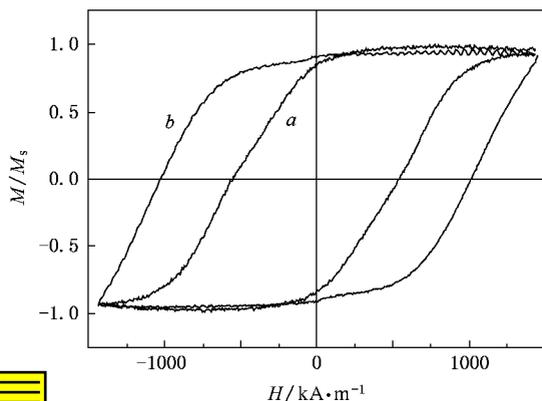


图 2 薄膜在 400 °C 退火 20 min 后的磁滞回线. 外加磁场平行于膜面. 曲线 a 为  $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  (20 nm) 薄膜, 曲线 b 为 Bi (20 nm)/ $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  (20 nm) 薄膜

$4f_{5/2}$  峰, 说明当退火温度  $T_a$  升高到 400 °C 时已有大量的 Bi 原子扩散到表面. 图 3 曲线 c 无明显 Bi 峰, 说明当  $T_a = 550$  °C 时大量扩散到表面的 Bi 原子又消失了. 这是由于 Bi 具有较低的饱和蒸气压, 表面的 Bi 原子在高温退火时升华后离开薄膜的缘故<sup>[18]</sup>.

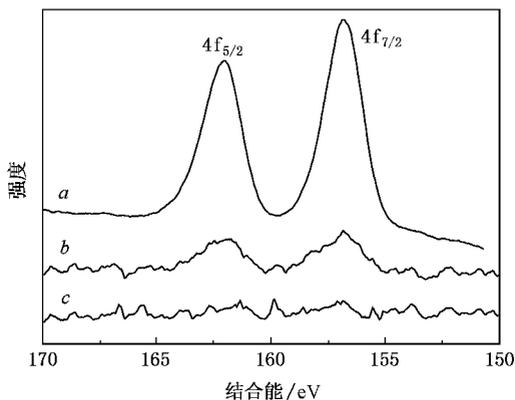


图 3 Bi (20 nm)/ $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  (20 nm) 薄膜中表面 Bi 元素的 XPS 曲线 a 为  $T_a = 400$  °C, 曲线 b 为退火前, 曲线 c 为  $T_a = 550$  °C

我们还对  $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  (20 nm) 和 Bi (20 nm)/ $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  (20 nm) 薄膜退火后的晶体学结构变化进行了研究, 图 4 显示了 350 和 550 °C 退火后薄膜的 XRD 谱. 从图 4 (a) 可以看出, 经 350 °C 真空退火后, 无底层的  $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  薄膜仅出现 FePt 基本衍射峰, 而 Bi/FePt 薄膜不仅出现了 Bi 衍射峰和 FePt 基本衍射峰, 还有明显的  $\text{L}_{10}$ -FePt 超晶格衍射峰, 即已经发生了由 fcc 相向 fct 相的转变. 说明利用 Bi 做底层, 可以将  $\text{Fe}_{49}\text{Pt}_{51}$  薄膜的有序化温度降低到 350 °C. 为定量描述  $\text{L}_{10}$ -FePt 薄膜的有序化程度, 有序度参数  $S$  定义为<sup>[19]</sup>

$$S^2 = \frac{1 - (c/a)}{1 - (c/a)_{S_f}} \quad (1)$$

式中  $(c/a)_{S_f}$  为完全有序的 fct 结构的晶格参数之比, 为  $0.961^{[19]}$   $(c/a)$  可由各 XRD 谱中的超晶格衍射峰和基本衍射峰确定. 图 5 给出了 FePt 晶格的  $c/a$  值随  $T_a$  的变化情况. 对于 Bi/Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub> 薄膜, 350 °C 退火后  $c/a$  值小于 1, 证明了此时的 FePt 晶格为四方结构, 但此时的纯 Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub> 薄膜中的 FePt 晶格仍呈现立方结构, 同时 Bi/Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub> 薄膜的  $c/a$  值明显地小于同温度退火后的纯 Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub> 薄膜的  $c/a$  值, 说明与纯 Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub> 薄膜相比, 以 Bi 为底层的 Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub> 薄膜形成了有序化程度更高的具有 L1<sub>0</sub> 相的 FePt 四方晶格. 即以 Bi 为底层可以促进 FePt 薄膜的有序化进程. 由于 FePt 薄膜矫顽力的大小主要受 FePt 薄膜的有序化程度影响<sup>[20]</sup>, 所以以 Bi 为底层提高了 FePt 薄膜的  $H_c$ . 此时图 4(b) 中未出现任何 Bi 的衍射峰, 说明薄膜中的 Bi 原子完全消失, 这与图 3 曲线 c 的 XPS 结果一致, 同时又一次证明了表面的 Bi 在高温退火时发生的升华现象.

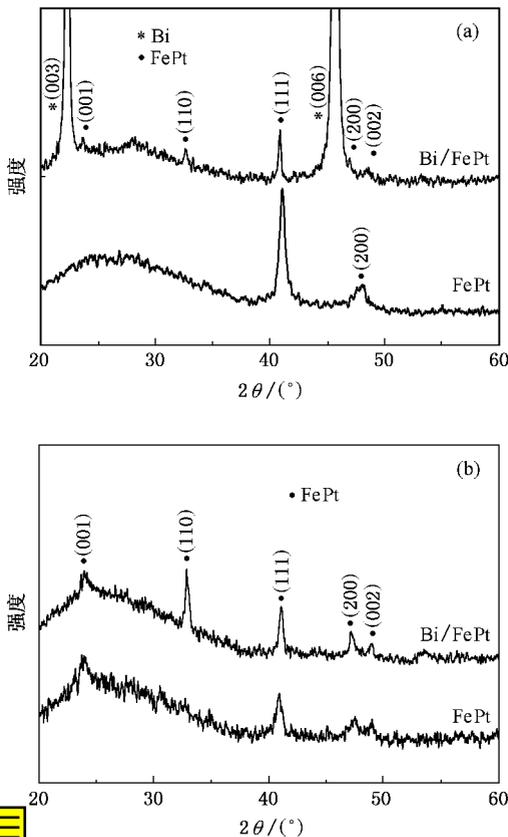


图 4 Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub>(20 nm) 薄膜和 Bi(20 nm)/Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub>(20 nm) 薄膜在不同温度下退火 20 min 后的 XRD 谱 (a)  $T_a = 350$  °C, (b)  $T_a = 550$  °C

根据以上 XPS 和 XRD 结果分析可知, 薄膜沉积完毕后, 大部分 Bi 原子处在薄膜的底层, 未发生扩散, 此时它对 L1<sub>0</sub>-FePt 结构转变的影响较小, 使得溅射态的 Bi/FePt 薄膜和纯 FePt 薄膜相同, 具有较低的  $H_c$ . 随着  $T_a$  的升高, Bi 原子将逐渐扩散到样品的表面, 使得以 Bi 为底层的 FePt 薄膜比纯 FePt 薄膜更有利于实现由 fcc 结构向 L1<sub>0</sub> 结构的转变, 其有序度比纯 FePt 薄膜高, 从而促进  $H_c$  的升高.

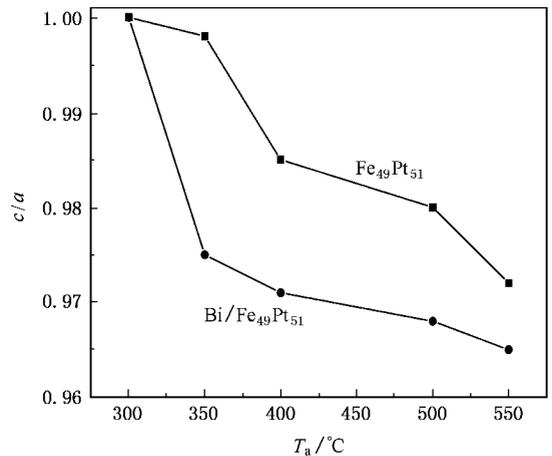


图 5 Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub>(20 nm) 薄膜和 Bi(20 nm)/Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub>(20 nm) 薄膜中 FePt 晶格的  $c/a$  值随  $T_a$  的变化曲线

与 Fe, Pt 原子相比, Bi 原子具有较大的原子半径和较小的表面能, 所以 Bi 原子在 FePt 晶格中的溶解度较小, 并且很容易在较低温度的退火过程中扩散到 FePt 薄膜的表面. Kitakami 等<sup>[18]</sup> 报道, 在 Bi 扩散过程中会给 CoPt 薄膜带来大量的缺陷. 由于 L1<sub>0</sub>-FePt 和 L1<sub>0</sub>-CoPt 具有相同的晶体学结构以及相类似的晶体学参数, 所以 Bi 扩散也会在 FePt 薄膜中产生大量缺陷, 带动 Fe, Pt 原子的重新有序排列. 这就导致以 Bi 为底层的 FePt 薄膜可以在较低的温度下实现有序化转变, 即降低了有序化温度, 同时大大提高相同温度下退火后 FePt 薄膜的有序化程度, 使得薄膜的  $H_c$  大幅度升高.

## 4. 结 论

本文利用 Bi 做底层, 降低了 FePt 薄膜的有序化温度, 并大幅度提高薄膜的  $H_c$ , 同时可以在更大成分范围内获得  $H_c$  较高的 L1<sub>0</sub>-FePt 薄膜. 经 350 °C 真空退火后, 以 Bi 做底层的 Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub> 薄膜就实现了有序化转变. 400 °C 退火 20 min 后, Bi/Fe<sub>49</sub>Pt<sub>51</sub> 薄膜的  $H_c$

达到 1074.3 kA/m,  $M_r/M_s$  达到 0.93. Bi 做底层促进了 FePt 薄膜的有序化,其原因与 Bi 元素在退火过程中的扩散有关.

- 
- [ 1 ] Weller D , Moser A , Folks L *et al* 2000 *IEEE Tran. Magn.* **36** 10
- [ 2 ] Weller D , Moser A 1999 *IEEE Tran. Magn.* **35** 4423
- [ 3 ] Sun S , Murray C B , Weller D *et al* 2000 *Science* **287** 1989
- [ 4 ] Kuo C M , Kuo P C , Wu H C *et al* 1999 *J. Appl. Phys.* **85** 4886
- [ 5 ] Yang T , Kang K , Yu G H *et al* 2002 *J. Phys. D : Appl. Phys.* **35** 2897
- [ 6 ] Zhu Y , Cai J W 2005 *Acta Phys. Sin.* **54** 393 ( in Chinese ) [ 竺云、蔡建旺 2005 物理学报 **54** 393 ]
- [ 7 ] Shima T , Moriguchi T , Mitani S *et al* 2002 *Appl. Phys. Lett.* **80** 288
- [ 8 ] Ravelosona D , Chappert C , Mathet V *et al* 2000 *Appl. Phys. Lett.* **76** 236
- [ 9 ] Maeda T , Kai T , Kikitsu A *et al* 2002 *Appl. Phys. Lett.* **80** 2147
- [ 10 ] Li B H , Feng C , Yang T *et al* 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 2567 ( in Chinese ) [ 李宝河、冯 春、杨 涛等 2006 物理学报 **55** 2567 ]
- [ 11 ] Lee S R , Yang S , Keunkim Y *et al* 2001 *Appl. Phys. Lett.* **78** 4001
- [ 12 ] Xu Y F , Chen J S , Wang J P 2002 *Appl. Phys. Lett.* **80** 3325
- [ 13 ] Zhang L J , Cai J W , Meng F B *et al* 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 450 ( in Chinese ) [ 张丽娇、蔡建旺、孟凡斌等 2006 物理学报 **55** 450 ]
- [ 14 ] Zhao Z L , Ding J , Inaba K *et al* 2003 *Appl. Phys. Lett.* **83** 2196
- [ 15 ] Wood R 2000 *IEEE Tran. Magn.* **36** 36
- [ 16 ] Yu G H , Li M H , Zhu F W *et al* 2003 *Appl. Phys. Lett.* **82** 94
- [ 17 ] Li B H , Feng C , Yang T *et al* 2006 *J. Phys. D : Appl. Phys.* **39** 1018
- [ 18 ] Kitakami O , Shimada Y , Oikawa K *et al* 2001 *Appl. Phys. Lett.* **78** 1104
- [ 19 ] Endo Y , Kikuchi N , Kitakami O *et al* 2001 *J. Appl. Phys.* **89** 7065
- [ 20 ] Sellmyer D J , Luo C P , Yan M L *et al* 2001 *IEEE Tran. Magn.* **37** 1286

# The effect of a Bi underlayer on FePt thin film<sup>\*</sup>

Feng Chun<sup>1)</sup> Li Bao-He<sup>1)2)</sup> Han Gang<sup>1)</sup> Teng Jiao<sup>1)</sup> Jiang Yong<sup>1)</sup> Liu Quan-Lin<sup>1)</sup> Yu Guang-Hua<sup>1)†</sup>

<sup>1)</sup> Department of Materials Physics and Chemistry, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

<sup>2)</sup> Department of Mathematics and Physics, Beijing Technology and Business University, Beijing 100037, China)

( Received 29 April 2006 ; revised manuscript received 7 August 2006 )

## Abstract

In this paper, the FePt films with Bi underlayer were prepared by dc magnetron sputtering on glass substrates. The L1<sub>0</sub>-FePt films were obtained after the deposited samples were subjected to vacuum annealing at various temperatures. The effect of a Bi underlayer on the ordering temperature and magnetic properties of FePt films was studied. Experimental results show that the FePt film can realize the low-temperature ordering at 350 °C after introduction of a Bi underlayer. Moreover, the Bi underlayer can also obviously enhance the coercivity  $H_c$  of the film and enlarge the concentration range of FePt films with high  $H_c$ . We studied the distribution of Bi atoms by X-ray photoelectron spectroscopy and the change of crystal structure of FePt films by X-ray diffraction. The cause of the above observations is associated with enhanced ordering degree of FePt films by the Bi diffusion during annealing process.

**Keywords** : L1<sub>0</sub>-FePt thin films, ordering temperature, underlayer, diffusion

**PACC** : 7550S, 7550V, 7570A

---

<sup>\*</sup> Project supported by the Doctoral Foundation of Ministry of Education of China ( Grant No. 2003008003 ), the Key Program of Science and Technology Research of Ministry of Education, China ( Grant No. 104023 ) and the Program for the New Century Excellent Talents in University of Ministry of Education, China ( Grant No. NCET-04-0104 ).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail : ghyu@mater.ustb.edu.cn